

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-109453

(43)Date of publication of application : 18.04.2000

(51)Int.Cl.

C07C229/06

C07B 63/00

C07C227/40

C07C229/08

(21)Application number : 10-292757

(71)Applicant : NIPPON BEET SUGAR MFG CO LTD

(22)Date of filing : 01.10.1998

(72)Inventor : MURANAKA SHIGERU

FUJISAKI HIROYUKI

SUGANO YASUSHI

HORI HIDEYUKI

TAKATANI MOTOYUKI

SATO HARUHIKO

SENBA YOSHIHIRO

(54) RECOVERY OF BETAINE AND AMINO ACID

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently recover betaine and an amino acid without disposing of the subject substances by obtaining and recovering the betaine and amino acid adsorbed on a resin bed when treating a sugar-beet liquid in the initial refining with an H type strong acidic ion exchange resin at the time of producing beet sugar.

SOLUTION: A sugar-beet liquid in the initial refining is treated with an H type strong acidic ion exchange resin at the time of producing beet sugar. In the process, betaine or an amino acid or both adsorbed on the resin bed are obtained and recovered. A caustic alkali solution is preferably used as a recovering agent for the H type strong acidic ion exchange resin adsorbing the betaine and amino acid. A method for treating the sugar-beet liquid in the initial refining with a column filled with the H type strong acidic ion exchange resin and eluting the betaine and amino acid adsorbed on the resin bed with the caustic alkali solution is especially preferred.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-109453

(P2000-109453A)

(43) 公開日 平成12年4月18日 (2000.4.18)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 7 C 229/06		C 0 7 C 229/06	4 H 0 0 6
C 0 7 B 63/00		C 0 7 B 63/00	F
C 0 7 C 227/40		C 0 7 C 227/40	
229/08		229/08	

審査請求 未請求 請求項の数 9 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平10-292757

(22) 出願日 平成10年10月1日 (1998.10.1)

(71) 出願人 000231981

日本甜菜製糖株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72) 発明者 村中 茂

北海道士別市西3条北4丁目381番地1

日本甜菜製糖株式会社士別製糖所内

(72) 発明者 藤崎 裕之

北海道河西郡芽室町東芽室基線26番地 日

本甜菜製糖株式会社芽室製糖所内

(74) 代理人 100075775

弁理士 戸田 親男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ベタイン及びアミノ酸の回収方法

(57) 【要約】

【解決手段】 甜菜糖液の精製工程において、軟化した糖液をH型強酸性イオン交換樹脂で処理する際に同樹脂層に吸着したベタイン／アミノ酸を回生剤を用いて溶出することにより、ベタイン及び／又はアミノ酸を回収する。

【効果】 ベタイン／アミノ酸の供給源に特徴があるのみでなく、回収効率が高く、特に回生剤として苛性アルカリを使用し、及び／又は回生剤の適用位置を該樹脂カラムの中途に設定することにより、更に効率を高めることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 甜菜糖製造の際、精製初期の甜菜糖液をH型強酸性イオン交換樹脂で処理する際に同樹脂層に吸着したベタイン及び／又はアミノ酸を取得、回収すること、を特徴とするベタイン及び／又はアミノ酸の回収方法。

【請求項2】 ベタイン及びアミノ酸を吸着しているH型強酸性イオン交換樹脂の回生剤として苛性アルカリ溶液を使用すること、を特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項3】 甜菜糖製造の際、精製初期の甜菜糖液をH型強酸性イオン交換樹脂を充填したカラムで処理し、同樹脂ベッドに吸着したベタイン及びアミノ酸を苛性アルカリ溶液で溶出すること、を特徴とするベタイン及び／又はアミノ酸の回収方法。

【請求項4】 精製初期の甜菜糖液が、甜菜糖製造の際、甜菜糖液の精製工程において、軟化した糖液を脱色樹脂を通すかあるいは通さない糖液、もしくは、塩類を荒取りした糖液であること、を特徴とする請求項1又は3に記載の方法。

【請求項5】 該樹脂充填カラムの途中に設けた流入部より苛性アルカリ溶液を流入して溶出処理を行い回生溶出液をカラム底部で採取すること、又は、該樹脂充填カラムの最底部から苛性アルカリ溶液を流入して途中に設けた流出部より回生溶出液を採取すること、を特徴とする請求項3又は4に記載の方法。

【請求項6】 溶出液がベタイン含量の高い溶液であること、を特徴とする請求項5に記載の方法。

【請求項7】 H型強酸性イオン交換樹脂に吸着したベタイン及びアミノ酸の回収混合液をクロマトグラフィー処理することにより、ベタイン画分とアミノ酸画分の2成分、あるいは、ベタイン画分、アミノ酸画分及びその他の画分の3成分にそれぞれ分離して回収すること、を特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項8】 H型強酸性イオン交換樹脂に吸着したベタイン及びアミノ酸の回収混合液を弱酸性イオン交換樹脂で処理すること、を特徴とする請求項1～6のいずれか1項に記載の方法。

【請求項9】 請求項1～8のいずれか1項に記載した方法によって取得してなる、ベタイン画分、アミノ酸画分、色素画分の少なくともひとつの画分。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、甜菜糖製造工程において、糖液精製の際に行うH型強酸性イオン交換樹脂処理において同樹脂に吸着したベタイン及び／又はアミノ酸を廃棄することなく効率よく回収する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 甜菜には約0.2～0.3%のベタイン

と約0.2～0.3%のアミノ酸が含有されており、甜菜糖製造工程では、そのほとんどは浸出工程で糖分と一緒に抽出され、糖液中に含有される。この糖液は、糖分やベタイン、アミノ酸の他に蛋白質、多糖類、塩類、色素等が含有されているため、甜菜糖製造の観点からいうと蔗糖以外は不純物となる。従って、これらの不純物は、工程中で可能な限り除去することが望ましいので糖液を清浄するための種々の手段が講じられている。その糖液の清浄の1つとしてH型強酸性イオン交換樹脂（以下、IIKと記すこともある）が使用されている。IIKはH型のイオン交換樹脂であるため糖液中のカチオン類はイオン交換され、又、ベタイン、アミノ酸等も樹脂にイオン交換等で吸着される。

【0003】 IIKに吸着されたベタイン、アミノ酸類、塩類等は、樹脂再生の際にIIKから脱離して樹脂廃液となり、格別の用途もないまま大部分は排水処理されてしまう。更に、この排水処理には多くの費用が必要であり、従来廃液としていた樹脂再生溶出液を有効利用することにより、排水処理の負荷を減少させることが課題のひとつとなっている。一方、IIK等清浄工程で捕捉できなかったベタイン、アミノ酸は、糖液中に残存して、最終的には（廃）糖蜜に含まれることとなり、従来、ベタイン、アミノ酸を回収する場合には、糖蜜から分離されていた。

【0004】 IIKで処理する原液としては、軟化糖液、又は軟化脱色糖液が用いられる。IIKに糖液通液後、再生に工程が移行する。再生工程は再生、押出、洗浄、逆洗、水抜等の工程が含まれる。IIKの再生には、回生再生と通常再生の2種類があり、通常再生の中に、必要に応じて、回生再生が適宜組み込まれる。回生再生にはNaClを含むNaOHの混液が使用され、通常再生は硫酸溶液が使用されH型樹脂に再生される。

【0005】 ベタインは、甜菜糖液中に糖分、蛋白質に次いで多く含有される、製糖工程においては代表的な有害性窒素化合物であって、従来は、その利用よりもむしろその分離除去が重要視されていた。しかし近年になって、ベタインの用途が新たに開発され、精製度の高いものは、化粧品、調味料、水分活性低下剤として利用され、精製度の低いものは飼料添加剤として利用されるようになり、その需要は増加の一途をたどっている。一方、アミノ酸は、調味材、調味液等として有効利用されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記した技術の現状に鑑み、増大するベタインの需要に対処する目的でなされたものである。近年は企業活動に伴った環境汚濁物質の放出による地球環境の悪化が問題となり、既存の物質であっても新たな生産方法を採用する場合には、環境への負荷を考慮することが企業としての責務となってきた。従来は排水処理を行っていたIIKの回生溶

出液の中からベタイン及びアミノ酸を回収することにより、排水の有効利用と環境負荷の低減をも図ることを可能とした新規なベタイン回収方法を開発する目的でなされたものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記目的を達成するためになされたものであって、先ずベタインの性質について検討した。しかしてベタイン（トリメチルグリシン： $C_5H_{11}NO_2$ ）は、分子内に陽イオンである第四アンモニウムと陰イオンであるカルボン酸を含む両性イオンの物質であるため、IIKのような水素イオン濃度が非常に多い条件下では、ベタインはカチオンの方向に平衡が進む。このため、ベタインはIIKに吸着されることになる。又、このベタインと同様に、アミノ酸も樹脂層に多く吸着される。しかし、従来、IIKに吸着したベタイン及びアミノ酸については、糖液の精製という観点から、除去という面については着目されてはいたが、IIKに吸着した部分を回収して、有効利用するということは、全く行われたことはなかった。

【0008】しかしながら、従来から行われている甜菜糖蜜から回収するベタインの量では資源量が限られており、需要を充足するためには新規な回収方法を開拓する必要があった。回収方法に課せられた命題は、効率的かつ安価な回収方法であり、現状よりも環境への負荷が低減できることであった。そこで、甜菜糖製造工程におけるベタインのマテリアルバランスに着目し、IIKで吸着除去されている部分には資源量として相当量のベタインが存在することが明らかとなった。

【0009】甜菜糖製造工程中に於ける現状のベタインのマテリアルバランスは、大略次の割合となっている。1例として：①IIKからリークするベタイン50%、②IIKに吸着され再生廃液に移行するベタイン50%。一方、同様な分類でアミノ酸類は大略次の割合となっている。1例として：①30%、②70%。但し、これらの数値は、1例として挙げたものであって、絶対的なものではない。従来はIIK等の清浄工程からリークして、最終的にビート糖蜜に移行したベタイン及びアミノ酸を回収していた。しかし、本発明者らは、②のベタイン及びアミノ酸にはじめて着目し、鋭意検討を重ねた結果、IIKに吸着しているベタイン及びアミノ酸を容易に且つ効率的に回収する方法を創製するに至り、本発明を完成するのに成功した。以下、本発明について詳述する。

【0010】甜菜糖の製造は、主として次のようにして行われている。すなわち、甜菜の浸出液に石灰（ CaO ）を添加し、 CO_2 を飽充させてコロイド物質や蛋白質等を沈殿せしめ、得られた硬度の高い糖液をNa型のイオン交換樹脂に通し、得られた軟化した糖液をC1型のイオン交換樹脂で処理して脱色しあるいは脱色することなく行い、その処理糖液をIIKで処理してカチオン、ベタイン、アミノ酸等を樹脂に吸着せしめ、通過した糖

液を更に精製して甜菜糖を得ている。そして通常、コスト面から、IIKは $NaCl$ を含む $NaOH$ を再生剤として使用し、次に硫酸を通して樹脂をH型に再生している。この再生、再生処理で吸着していたカチオン、ベタイン、アミノ酸等の不純物は溶出、除去される。したがって、IIKに吸着したベタイン、アミノ酸等は再生溶出液に移行し、通常は排水処理される。

【0011】本発明者らは、新しいベタイン供給源について広範囲に検討した結果、上記したようにベタインはIIKに吸着除去されている点に着目し、IIKに吸着したベタイン、アミノ酸の溶出方法について鋭意研究した結果、再生剤として $NaOH$ を用いてIIKを処理したところ、樹脂に吸着したベタイン、アミノ酸等が効率的に溶出でき、更に、後に行う溶出液の精製、分離がきわめて効率的に実施できることをはじめて見出した。

【0012】本発明は、上記した有用新知見に基づいてなされたものであって、次のようにして実施される。甜菜糖製造の際、精製初期の甜菜糖液をIIKで処理した後、同樹脂を苛性アルカリ溶液で処理して、同樹脂に吸着していたベタイン、アミノ酸、カチオンを回生溶出せしめ、得られた回生溶出液を弱酸性樹脂で処理して溶出液中にリークしてくるカチオンを吸着した後、得られた溶出液を濃縮、濾過し、次いでクロマトグラフィー処理することによって、ベタイン、アミノ酸の各画分、場合によってはベタイン、アミノ酸、色素の各画分に分離する。なお、IIKで処理する甜菜糖液は、甜菜糖製造の際、甜菜糖液の精製工程において、軟化した糖液を脱色樹脂を通したものの又は通さない糖液、あるいは、塩類を荒取りした糖液など、ベタイン及び／又はアミノ酸を含有する甜菜糖液をすべて指すものである。塩類を荒取りした糖液には、例えばイオン交換樹脂処理、クロマト分離、限外濾過膜その他膜処理等で前処理した甜菜糖液が含まれる。

【0013】各画分は、そのまま所望する用途に使用することができるが、例えばベタイン画分は濃縮、結晶化して結晶ベタインとしたり、アミノ酸画分は濃縮してそのまま調味液として使用するほか、各アミノ酸に分離することも可能である。その他の画分には色素等が含有され、抗酸化物質の回収が期待できる。

【0014】本発明に係るベタイン、アミノ酸の回収方法の概略を図1に示した。本発明において、IIKの再生剤として使用する苛性アルカリとしては、 $NaOH$ 、 KOH 等が例示され、弱酸性イオン交換樹脂の再生剤として使用する強酸としては、 H_2SO_4 、 HCl のほか、IIKの再生溶出液が例示される。

【0015】上記したように、本発明は、精製初期の甜菜糖液をIIKで処理する際に同樹脂層に吸着したベタイン及び／又はアミノ酸を回収するものであり、その際、再生剤として苛性アルカリを単独で使用すると特に分離、回収が効率的に行われる点を特徴とするものである

が、本発明者らは、更にその効率を高めるという技術課題を新たに設定し、これを解決することとした。そして、以下に述べるように、各方面から鋭意研究を行った結果、遂にそれを解決するのに成功した。

【0016】すなわち、IIKの原液となる糖液の品質は、処理の時期、甜菜の収穫年度により変化し、このため樹脂への負荷も変化する。この為、ベタイン及びアミノ酸のIIKへの吸着は、他の共有物と無関係であるというわけにはいかない。又、そのベタイン及びアミノ酸の吸着する量及び吸着樹脂層は、通液する糖液の品質に影響されるばかりではなく、再生条件、通液条件、樹脂充填カラム形状等により影響される。しかし、実際現場で使用されている樹脂塔の実装置はほぼ定形のもが使用されており、IIK塔として運転する場合、糖液（原液）の品質により概略、再生、回生、通液条件は決まってくる。そして、甜菜の原料の品質の変動幅はそれ程多くはないため、吸着量、吸着樹脂層等は大きく変動することではなく、ほぼ一定の範囲で運転される。上記を考慮して、IIKに糖液を通液した後、吸着したベタイン、アミノ酸を効率良く脱着する条件を選定し、目的とするベタイン、アミノ酸の混合液を回収することは、特に工業的製造、実製造上重要なことである。

【0017】発明者等は、このベタイン及びアミノ酸の性質を基に、ベタイン、アミノ酸がIIKの樹脂層にどのように分配吸着しているか調査し、そして、更に、それ等の効率的な脱離条件を新たに見出したものである。

【0018】甜菜糖製造の際、適正に通液運転されたIIKの樹脂層へのカチオン、ベタイン、アミノ酸等の吸着状態は樹脂層で均一ではない。それぞれ樹脂との親和力により片寄りがある。カチオンであるK、Na、Caイオンは樹脂層の通液側の樹脂層上中部に多く吸着しており、アンモニアイオンは樹脂層中部に吸着している。一方、本発明の目的物のベタイン、酸性アミノ酸、中性アミノ酸は樹脂層の中部以降に、塩基性アミノ酸は樹脂層上中部に多く吸着する傾向にある。また、これ等の傾向は、上述したように大きな変動はないことを新たに見出した。

【0019】そこで本発明者らは、これらの新知見に着目し、目的とするベタイン、アミノ酸類がそれぞれ吸着している樹脂層部に、直接、回生剤を通液して回生したところ、きわめて効率良く回収することができることのほか更に、その回生溶出液の純度及び回収率が更に高くなるという知見を得た。また、特にベタインについては、IIKの樹脂層の中部以降に部分吸着する傾向が強く、その吸着部分に直接苛性アルカリを通液するとベタイン画分がきわめて効率良く脱離するというベタインの回収にきわめて好都合な知見も新たに得た。

【0020】本発明は、上記したこれらの有用新知見に基づき更に検討の結果、遂に完成されたものであって、回生剤の通液が樹脂層上部から下部に行う場合、IIKカ

ラムの途中に1又はそれ以上設けた流入口等の流入部より苛性アルカリ溶液を流入し、該樹脂底部より回生溶出液を採取する。一方、回生剤の通液が樹脂層下部から上部に行う場合、苛性アルカリ溶液を該樹脂底部から流入し、IIKカラムの途中に1又はそれ以上設けた流出口より回生溶出液を採取する。すなわち、該樹脂に吸着していたベタイン、アミノ酸を溶出する点を基本的技術思想とするベタイン、アミノ酸の回収方法に関するものである。

10 【0021】特にベタインは、後記するところから明らかなように、IIKカラムの中部よりも下方の樹脂に吸着しているので、ほぼ中部から苛性ソーダ等の苛性アルカリを適用すれば良い。このようにして回生処理を行った後は、既述したとおりの処理をすればよく、例えば図1に示した処理によってきわめて効率よくベタイン及び／又はアミノ酸を回収することができる。

20 【0022】上記のように本発明においては回生剤として苛性アルカリを単独で使用する点を特徴のひとつとして有するものである。従来のNaCl・NaOHからなるIIKの回生剤を使用すると、Clイオン等を含むため、回生溶出液を濃縮すると多量の塩が析出するので後処理に不都合が生ずる。これらの理由のため、回生剤には苛性アルカリを単独使用する。使用する苛性アルカリとしてはNaOH、KOH溶液等が用いられる。

30 【0023】次に、苛性アルカリでの回生の際、IIKから溶出してくる回生溶出液にはベタインとアミノ酸の他、これ等と同じ樹脂層に吸着していたカチオン等が含まれる。この回生溶出液はそのまま又は弱酸性樹脂で処理した後、濃縮、濾過して、これをクロマト分離装置等の分離装置で分離してアミノ酸画分とベタイン画分の2成分に分離するか、アミノ酸画分、ベタイン画分、その他（色素）画分の3成分に分離される。又、分離装置の前工程で使用される弱酸性イオン交換樹脂は回生溶出液中の灰分の除去に使用される。この弱酸性イオン交換樹脂は回生溶出液の品質によって選択されたり、選択されない場合がある。

40 【0024】クロマト分離装置としては、バッチ式、擬似移動式、半連続式等が用いられる。これらの選択は、2成分、3成分分離及びランニングコスト等を考慮して行われる。

【0025】

【実施例】以下に本発明の実施例について述べる。

50 【0026】（A）IIKに負荷の異なる未精製糖液（以下、Tn、Jという）を通液してベタイン、アミノ酸の吸着、脱着状態を調査し、得られた結果を下記表1、表2に示す。なお、全カチオン（R-OH）は樹脂法、ベタインは高速液体クロマトグラフィー法、全アミノ酸はホルモール法で測定した。これらの結果から明らかなように、負荷が上昇するにつれベタイン、アミノ酸の吸着量は、やや上昇するが、逆に吸着率は多少減少傾向にあ

る。一方、脱着量は負荷上昇につれ多くなる。しかしな * すものではない。
がら、変動幅は大きなものではなく、工程に支障をきた* 【0027】

(条件)

通液 樹脂量：1.5 L (交換容量：Cap 0.8 eq/L-R)
流速：SV2、通液時間：3 hr、通液温度：12℃
通液原液：Tn. J (固形分 Bx 25.0) の供給量 9500 ml
押出洗浄 1 L/L-R
回生 押出洗浄後の樹脂を100 ml 取り出し60℃で1N NaOH
(2 eq/L-R) と1 Hr 反応させ樹脂を濾別し、濾液を1 L に
メスアップして分析に供した。

【0028】

※ ※ 【表1】

表1 通液原液の負荷が低い場合
(通液)

(単位：eq/L-R)

	R-OH	アミノ酸	ベタイン
通液原液	0.42	0.09	0.13
IHK処理液	0.02	0.01	0.02
IHK吸着量	0.40	0.08	0.11
IHK吸着率	95%	89%	85%

(回生)

(単位：eq/L-R)

	R-OH	アミノ酸	ベタイン
回生廃液	—	0.07	0.11
IHK脱着率	—	88%	100%

【0029】

★30★ 【表2】

表2 通液原液の負荷が高い場合
(通液)

(単位：eq/L-R)

	R-OH	アミノ酸	ベタイン
通液原液	0.62	0.13	0.19
IHK処理液	0.03	0.03	0.08
IHK吸着量	0.59	0.10	0.11
IHK吸着率	95%	77%	58%

(回生)

(単位：eq/L-R)

	R-OH	アミノ酸	ベタイン
回生廃液	—	0.09	0.11
IHK脱着率	—	90%	100%

【0030】 (B) IHKへの吸着分布

アミノ酸の吸着分布を調査した。

図2の方法で5分割した各樹脂層について、ベタイン、 50 【0031】 その結果、標準的な原液の負荷において

は、ベタインは樹脂層40～100%で吸着量が多く、アミノ酸は樹脂層20～100%で吸着量が多かった。0～20%樹脂層では、ベタイン、アミノ酸共吸着量が非常に少なかった。即ち、樹脂層40～100%では；ベタイン 約95%、アミノ酸 76～79%
樹脂層60～100%では；ベタイン 約85%、アミノ酸 51～56%

*となり、比較的中間部より下部に、即ち樹脂層40～100%に吸着していた。又、ベタインはアミノ酸より下部樹脂層に吸着する割合が多い。

【0032】樹脂へのベタイン、アミノ酸の吸着結果を下記表3に示す。

【0033】

【表3】

表3

(単位: Total meq)

樹脂層	アミノ酸	ベタイン
①区分: R-Vol 0～20%	21.6	1.9
②区分: R-Vol 20～40%	42.5	5.4
③区分: R-Vol 40～60%	65.9	13.7
④区分: R-Vol 60～80%	79.5	54.2
⑤区分: R-Vol 80～100%	55.4	63.2
イ. ①～⑤の合計	264.9	138.4
ロ. ③④⑤の計/イ	75.8%	94.7%
ハ. ④⑤の計/イ	50.9%	84.8%
ニ. ①/イ	8.2%	1.4%

【0034】(C) IIKへ吸着したベタイン、アミノ酸の脱着条件の検討

a. 温度及び回生レベルの影響

ベタイン及びアミノ酸の吸着量をそれぞれ0.09eq/L-R及び0.13eq/L-RとしたIIK樹脂100mlずつをジャケット付きガラスカラム(径20mm)に入れ、NaOHを使用し、回生レベル、回生温度を変えて、溶出液2.5L/L-Rを採取し、ベタインとアミノ酸の脱着状態を調査した。尚、NaOHの回生レベルは0.2、0.4、0.8eq/L-Rとした。※

※(この樹脂の残存Capは0.6eq/L-Rと見積もられ、0.2、0.4は部分再生、0.8eq/L-Rは完全再生となる。)

【0035】得られた結果を下記表4に示すが、その結果から明らかなように、ベタインは、すべての条件でアミノ酸より脱着率が高く、窒素化合物の中で脱着しやすいものである。又、室温と60℃を比較すると、回生温度が高いほうが脱着率が高かった。

【0036】

【表4】

表4 回生条件によるアミノ酸、ベタインの脱着

No.	温度℃	回生剤 NaOH	アミノ酸		ベタイン	
		eq/L-R	eq/L-R	脱着率	eq/L-R	脱着率
1	室温	0.20	0.01	9%	0.06	66%
2	室温	0.80	0.08	59	0.09	98
3	60	0.20	0.02	15%	0.07	82%
4	60	0.40	0.03	29	0.09	100
5	60	0.80	0.08	60	0.09	100

【0037】b. IIKの樹脂層の全体を回生した場合と 50 部分回生した場合

IIK2700mlを充填した径70mmカラムを2本用意して完全回生した後、それぞれ2.0eq/L-RのH₂SO₄で再生した。次にTn. J (Bx25)をSV2、常温で、処理液のPHが2.5迄通液した。カラムの1本はそのまま、他の1本は樹脂層上部60%部をカラムから取り出し、40%をカラムに残した。そして、それぞれのカラムを1N NaOHで回生した。硫酸再生とTn. J通液に於けるベタイン、アミノ酸の吸着を表5に示す。又、ベタイン、アミノ酸の吸着した樹脂のNaOHの回生条件とその回生溶出液の分析結果を表6

【0039】

【表6】

10

【0038】

【表5】

表5 硫酸再生とTn. J通液における吸着

	全樹脂層 (60℃)		樹脂層下部 40% (60℃)	
	LOAD	処理液	LOAD	処理液
再生硫酸 再生量	2.00	(単位: eq/L-R) 0.53 1.47	2.00	0.57 1.43
ベタイン 吸着量(a) 吸着率 アミノ酸 吸着量(b) 吸着率	0.567 0.513	(単位: eq) 0.189 0.378 67% 0.081 0.432 84%	0.540 0.459	0.135 0.405 75% 0.054 0.405 88%

20

30

表6 回生条件の違いによる脱着

	全樹脂層 の回生液 (60℃)		樹脂層下部 40%の回生液 (60℃)	
	LOAD	処理液	LOAD	処理液
NaOH回生 回生量 回生液の r-Bx	0.80	(単位: eq/L-R) 0.15 0.65 3.4	0.57	0.12 0.45 5.1
ベタイン 脱着量(a') 脱着量(単位 樹脂当り) 脱着率(a'/a) アミノ酸 脱着量(b') 脱着量(単位 樹脂当り) 脱着率(b'/b) 全窒素 脱着量		(単位: eq) 0.216 0.080 57% 0.248 0.080 57% 0.584		0.282 0.261 70% 0.188 0.174 46% 0.587

【0040】その結果、次のことが明らかになった。ベ
タイン、アミノ酸に関して、樹脂層全体を回生するより
も下部40%を60℃のNaOHで回生した方が、単位
樹脂当りの脱着率が多かった。更に、回生溶出液の濃度
および純度（対全窒素）が全体を回生するより高く、ベ
タインの効率的な回収法といえる。

【0041】(D)クロマト分離試験の検討
下記表7の分離条件でクロマト分離した結果をクロマト*

表7 分離条件

Column	: Amberlite CG6000, Na+
	26×400mm, 200ml
Feed	: R-Bx 40
	: Volume 0.05 (1/1-R)
Eluent	: H ₂ O (pH10)
Temp	: 80℃
Flow Rate	: SV=1.0

* グラムとして図3に示す。尚、ベタイン、アミノ酸は高
速液体クロマト測定法（以下HPLC法と記す。ベタイン：
カラムは東ソー製Tskgel SCX、アミノ酸：カラムは東ソー製Tskgel Aminopak）で測定した。又、色価（A560）は分光光度法で測定した。

【0042】

【表7】

【0043】上記結果から明らかなように、Bxのピー
クは2つあり、0.601/L-Rのピークはアミノ
酸、0.801/L-Rは主にベタインに由来する。ア
ミノ酸とベタインは良好に分離できた。又、ベタインの

純度（全窒素当たり）88%、回収率90%のベタイン
分離液が得ることが可能であった。（溶出0.75～
0.901/L-R）ベタインと色価は重なりは少な
く、溶出0.75～0.901/L-Rを回収した場合

色価の低いベタイン溶液を得ることができる。又、アミノ酸混合液は0.40～0.751/L-Rを回収する。

【0044】

【発明の効果】本発明によって、IIKよりきわめて効率的にベタインを回収することが可能となった。また、必要に応じてベタインのほか、アミノ酸、色素も分離、回収することも可能となり、本発明は、従来主に廃液とし*

*て処理されていたIIKの回生溶出液に有効利用を新たに拓くものであって、天然物の有効利用、廃液の減容化といった環境の面でも卓越している。

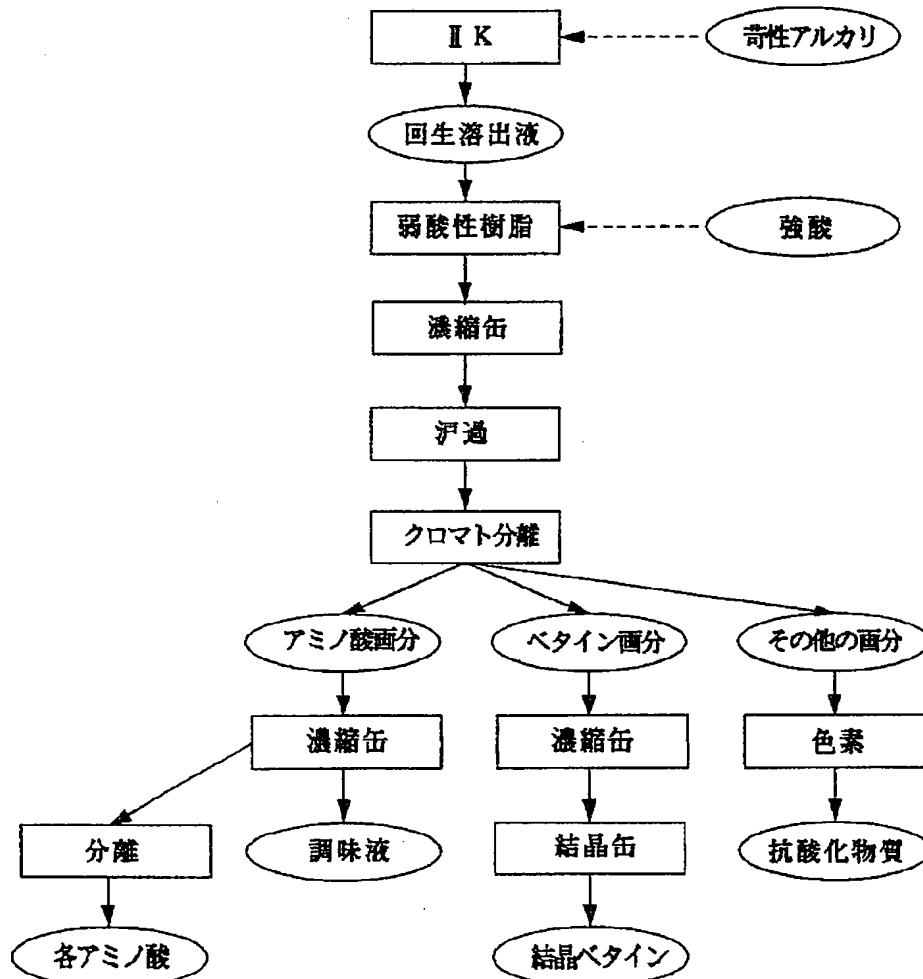
【図面の簡単な説明】

【図1】ベタイン、アミノ酸の回収方法を示す。

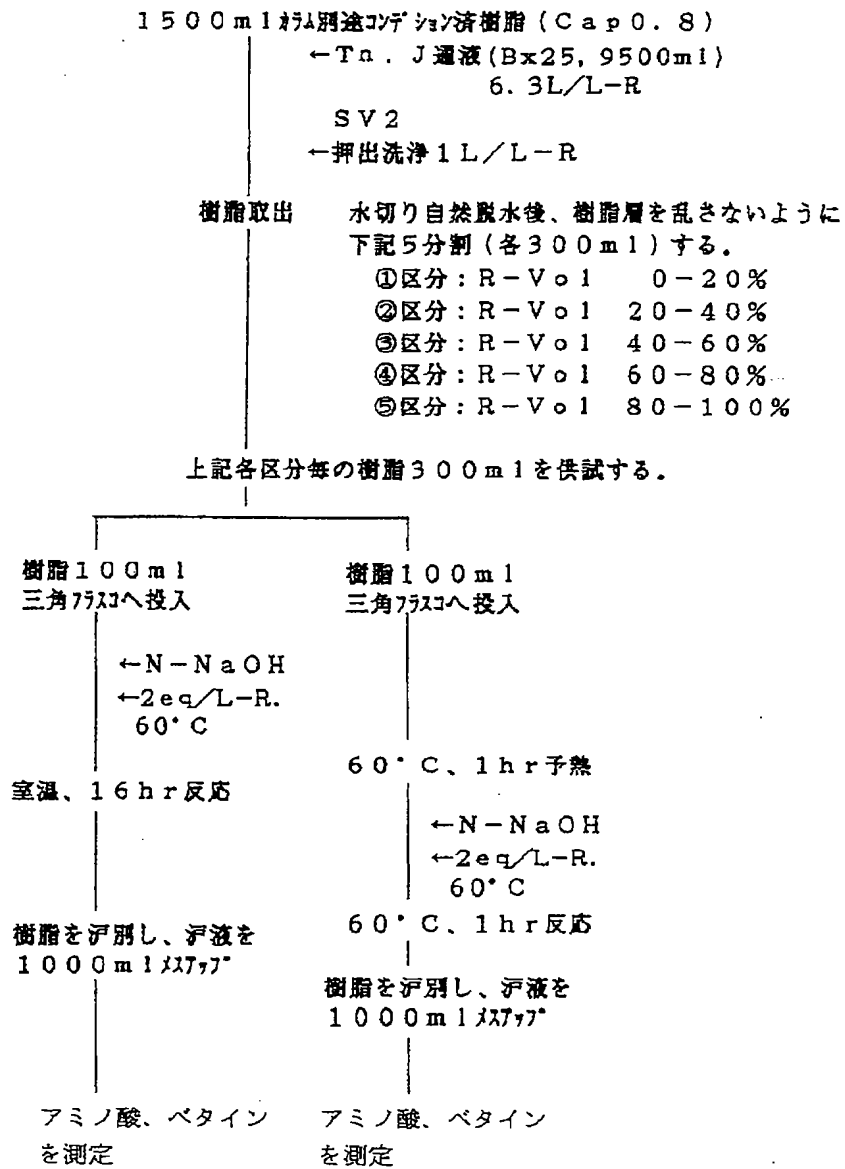
【図2】IIKへの吸着分布の調査法を示す。

【図3】IIK樹脂層の途中からNaOHを通液し、得られた回生溶出液について行ったクロマトグラムである。

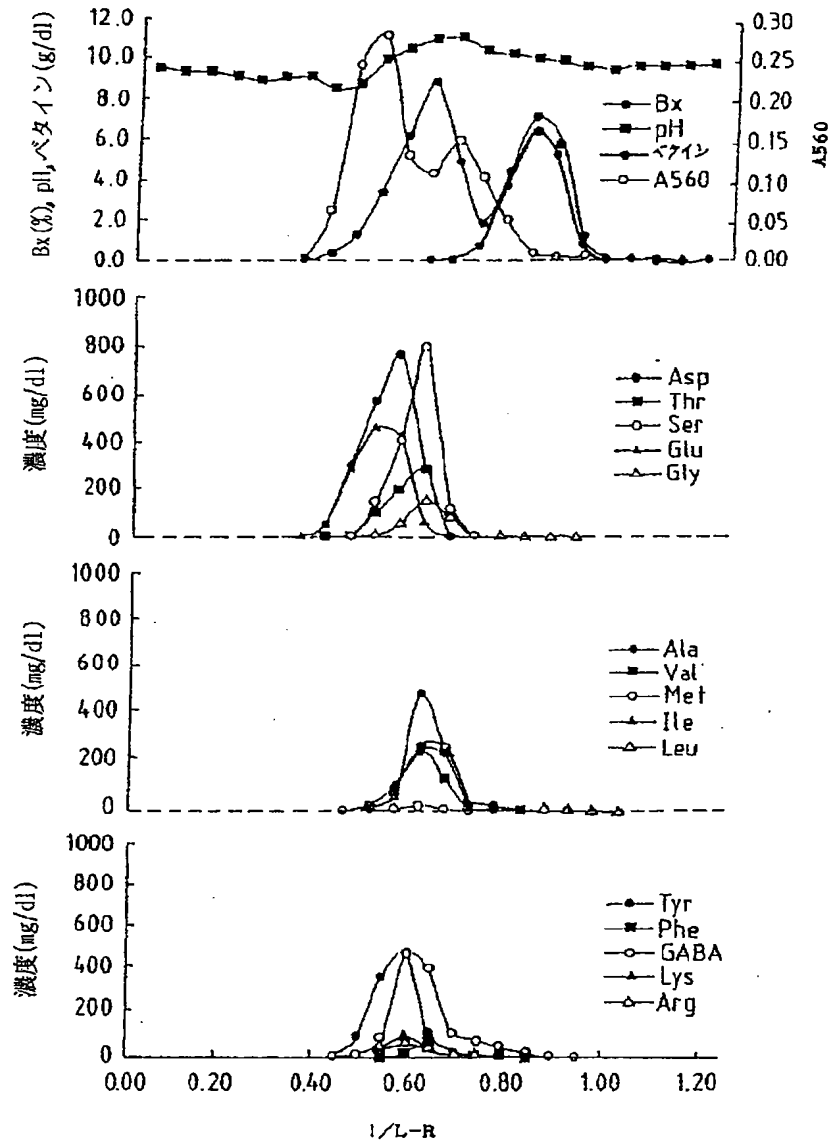
【図1】



【図2】



【図3】



回生溶出液のクロマトグラム

フロントページの続き

(72)発明者 菅野 恭志
北海道網走郡美幌町字鳥里91番地 日本甜
菜製糖株式会社美幌製糖所内

(72)発明者 堀 秀幸
北海道河西郡芽室町東芽室基線26番地 日
本甜菜製糖株式会社芽室製糖所内

(72)発明者 高谷 元幸
北海道士別市西3条北4丁目381番地1
日本甜菜製糖株式会社士別製糖所内

(72)発明者 佐藤 晴彦
北海道網走郡美幌町字鳥里91番地 日本甜
菜製糖株式会社美幌製糖所内

(72)発明者 仙波 美博
山口県下関市東大和町2丁目12番12号 日
本甜菜製糖株式会社下関製糖工場内

Fターム(参考) 4H006 AA02 AD32 BS10 BU32 NB16